

**BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

REC'D 07 JUN 2004

WIPO

PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung  
einer Patentanmeldung**

**Aktenzeichen:** 103 21 788.6

**Anmeldetag:** 14. Mai 2003

**Anmelder/Inhaber:** BASF Aktiengesellschaft,  
67063 Ludwigshafen/DE

**Bezeichnung:** Polyamide

**IPC:** C 08 G 69/02

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 15. April 2004  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

Sleck

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

## Patentansprüche

1. Polyamid, dessen Hauptkette ein Amin, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, chemisch gebunden enthält.
2. Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Hauptkette des Polyamids 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, chemisch gebunden enthält.
3. Polyamid nach Anspruch 1 oder 2, wobei R ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus Carbonsäure, Carbonsäureester, Carbonsäureamid und Nitril.
4. Polyamid nach Anspruch 1 oder 2, wobei R für Nitril steht.
5. Polyamid nach Anspruch 1 oder 2, wobei R für Carbonsäure steht.
6. Polyamid nach Anspruch 1 oder 2, wobei R für Carbonsäureester steht.
7. Polyamid nach Anspruch 6, wobei R für einen Carbonsäureester ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, i-Propyl-, n-Butyl-, s-Butyl-, i-Butyl- oder t-Butylester steht.
8. Polyamid nach Anspruch 1, wobei die Hauptkette des Polyamids 2-Methyl-1,5-Diaminopentan chemisch gebunden enthält.
9. Polyamid nach den Ansprüchen 1 bis 8, wobei die Hauptkette des Polyamids ein Amin, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, mit einem Gehalt im Bereich von 0,001 Mol-% bis 2 Mol-%, bezogen auf 1 Mol Säureamidgruppen des Polyamids, chemisch gebunden enthält.
10. Verfahren zur Herstellung eines Polyamids, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung von zur Bildung eines Polyamids geeigneten Monomeren zu einem Polyamid in Gegenwart mindestens einesamins, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, gemäß den Ansprüchen 1 bis 9 durchführt.

- 5 11. Verfahren zur Herstellung eines Polyamids, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung von zur Bildung eines Polyamids geeigneten Oligomeren zu einem Polyamid in Gegenwart mindestens eines Amins, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, gemäß den Ansprüchen 1 bis 9 durchführt.
- 10 12. Fasern, Folien und Formkörper, enthaltend ein Polyamid gemäß den Ansprüchen 1 bis 9.

## Polyamide

## Beschreibung

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Polyamid, dessen Hauptkette ein Amin, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, oder deren Gemische chemisch gebunden enthält.
- 10 Ferner betrifft sie ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Polyamids, sowie Fasern, Folien und Formkörper, enthaltend mindestens ein solches Polyamid.
- 15 Polyamide, insbesondere Polyamid 6 und Polyamid 6.6, sind technisch bedeutsame Polymere. Zu ihrer Herstellung setzt man üblicherweise geeignete Monomere, wie Caprolactam, Adipinsäure oder Hexamethyldiamin, in Gegenwart von Wasser um.
- 20 Nach der Herstellung werden die Polyamide bekanntermaßen verformt, beispielsweise zu Fasern, Folien oder Formkörpern.
- 25 Solche Fasern oder daraus hergestellt textile Gegenstände, wie Bekleidung oder Teppichböden, Folien oder Formkörper werden anschließend üblicherweise eingefärbt. Dies kann beispielsweise im Falle von Fasern oder daraus hergestellten textilen Gegenständen mittels Färbebädern oder im Falle von textilen Gegenständen, Folien oder Formkörpern durch Bedrucken geschehen.
- 30 Bei diesem Anfärben ist eine hohe Anfärbegeschwindigkeit, also eine rasche Farbaufnahme durch das Polyamid, zur Erzielung einer hohen Prozessgeschwindigkeit wünschenswert.
- 35 Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Polyamid bereitzustellen, das eine gegenüber Polyamiden gemäß Stand der Technik erhöhte Anfärbegeschwindigkeit aufweist, sowie ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Polyamids.
- 40 Demgemäß wurde das eingangs definierte Polyamid, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Fasern, Folien und Formkörper, enthaltend mindestens ein solches Polyamid, gefunden.
- Unter Polyamiden werden Homopolymere, Copolymere, Mischungen und Pfropfungen von synthetischen langkettigen Polyamiden verstanden, die als wesentlichen Bestandteil wiederkehrend Amid-Gruppen in der Polymer-Hauptkette aufweisen. Beispiele sol-

## 2

- cher Polyamide sind Nylon 6 (Polycaprolactam), Nylon 6,6 (Polyhexamethylenadipamid), Nylon 4,6 (Polytetramethylenadipamid), Nylon 6,10 (Polyhexamethylensebacamid), Nylon 7 (Polyenantholactam), Nylon 11 (Polyundecanolactam), Nylon 12 (Polydodecanolactam). Diese Polyamide tragen bekanntermaßen den generischen Namen
- 5 Nylon. Unter Polyamiden werden auch die sogenannten Aramide verstanden (aromatische Polyamide), wie Poly-metaphenyleneisophthalamid (NOMEX<sup>®</sup> Faser, US-A-3,287,324) oder Poly-paraphenylene-terephthalamid (KEVLAR<sup>®</sup> Faser, US-A-3,671,542).
- 10 Die Herstellung von Polyamiden kann prinzipiell nach zwei Verfahren erfolgen.
- Bei der Polymerisation von Dicarbonsäuren und Diaminen, wie auch bei der Polymerisation von Aminosäuren oder deren Derivaten, wie Aminocarbonsäurenitrilen, Aminocarbonsäureamiden, Aminocarbonsäureestern oder Aminocarbonsäuresalzen, reagieren die Amino- und Carboxyl-Endgruppen der Ausgangsmomere oder Ausgangsoli-
- 15 gomere miteinander unter Bildung einer Amid-Gruppe und Wasser. Das Wasser kann anschließend von der Polymermasse entfernt werden. Bei der Polymerisation von Aminocarbonsäureamiden reagieren die Amino- und Amid-Endgruppen der Ausgangsmomere oder Ausgangsoli-
- 20 gomere miteinander unter Bildung einer Amid-Gruppe und Ammoniak. Der Ammoniak kann anschließend von der Polymermasse entfernt werden. Bei der Polymerisation von Aminocarbonsäureestern reagieren die Amino- und Ester-Endgruppen der Ausgangsmomere oder Ausgangsoli-
- 25 gomere miteinander unter Bildung einer Amid-Gruppe und Alkohol. Der Alkohol kann anschließend von der Polymermasse entfernt werden. Bei der Polymerisation von Aminocarbonsäurenitrilen können die Nitrilgruppen zunächst mit Wasser zu Amid- oder Carbonsäuregruppen und die entstandenen Aminocarbonsäureamide oder Aminocarbonsäuren wie beschrieben umgesetzt werden. Diese Polymerisationsreaktion bezeichnet man üblicherweise als Polykondensation.
- 30 Die Polymerisation von Lactamen als Ausgangsmomeren oder Ausgangsoli-
- 35 Solche Polyamide können nach an sich bekannten Verfahren, wie sie beispielsweise in DE-A-14 95 198, DE-A-25 58 480, EP-A-129 196 oder in: Polymerization Processes, Interscience, New York, 1977, S. 424-467, insbesondere S. 444-446, beschrieben sind, erhalten werden aus Monomeren ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Lactamen, omega-Aminocarbonsäuren, omega-Aminocarbonsäurenitrilen, omega-Aminocarbonsäureamiden, omega-Aminocarbonsäuresalze, omega-Aminocarbonsäureester, äquimolaren Mischungen aus Diaminen und Dicarbonsäuren,

## 3

Dicarbonsäure/Diamin-Salzen, Dinitrilen und Diaminen oder Gemischen solcher Monomere.

Als Monomere kommen

- 5 Monomere oder Oligomere eines  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_2$ - bis  $C_{18}$ - arylaliphatischen oder vorzugsweise aliphatischen Lactams, wie Enantholactam, Undecanolactam, Dodecanolactam oder Caprolactam,
- 10 Monomere oder Oligomere von  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_3$ - bis  $C_{18}$ - Aminocarbonsäuren, wie 6-Aminocaprinsäure, 11-Aminoundecansäure, sowie deren Salze, wie Alkalisalze, beispielsweise Lithium-, Natrium-, Kalium-Salze,
- 15 Monomere oder Oligomere von  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_3$ - bis  $C_{18}$ - Aminocarbonsäurenitrilen, wie 6-Aminocapronitril, 11-Aminoundecansäurenitril,
- Monomere oder Oligomere von  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -Aminosäureamiden, wie 6-Aminocaprinsäureamid, 11-Aminoundecansäureamid,
- 20 Ester, vorzugsweise  $C_1$ - $C_4$ -Alkylester, wie Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, i-Propyl-, n-Butyl-, i-Butyl-, s-Butyl-ester, von  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_3$ - bis  $C_{18}$ -Aminocarbonsäuren, wie 6-Aminocaprinsäureester, beispielsweise 6-Aminocaprinsäuremethylester, 11-Aminoundecansäureester, beispielsweise 11-Aminoundecansäuremethylester,
- 25 Monomere oder Oligomere eines  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_2$ - bis  $C_{12}$ -Alkyldiamins, wie Tetramethylendiamin oder vorzugsweise Hexamethylendiamin, mit einer  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_2$ - bis  $C_{14}$ - aliphatischen Dicarbonsäure oder deren Mono- oder Dinitrile, wie Sebacinsäure, Dodecandisäure, Adipinsäure, Sebacinsäuredinitril, Decan-1,10-dinitril oder Adipodinitril,
- 30 Monomere oder Oligomere eines  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_2$ - bis  $C_{12}$ -Alkyldiamins, wie Tetramethylendiamin oder vorzugsweise Hexamethylendiamin, mit einer  $C_8$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_8$ - bis  $C_{12}$ - aromatischen Dicarbonsäure oder deren Derivate, beispielsweise Chloride, wie 2,6-Naphthalindicarbonsäure, vorzugsweise Isophthalsäure oder Terephthalsäure,
- 35 Isophthalsäure oder Terephthalsäure,
- Monomere oder Oligomere eines  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_2$ - bis  $C_{12}$ -Alkyldiamins, wie Tetramethylendiamin oder vorzugsweise Hexamethylendiamin, mit einer  $C_9$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_9$ - bis  $C_{18}$ - arylaliphatischen Dicarbonsäure oder deren Derivate, beispielsweise Chloride, wie o-, m- oder p-Phenylendiessigsäure,
- 40

5 Monomere oder Oligomere eines  $C_6$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_6$ - bis  $C_{10}$ - aromatischen Diamins, wie m- oder p-Phenylendiamin, mit einer  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_2$ - bis  $C_{14}$ - aliphatischen Dicarbonsäure oder deren Mono- oder Dinitrile, wie Sebacinsäure, Dodecandisäure, Adipinsäure, Sebacinsäuredinitril, Decan-1,10-dinitril oder Adipodinitril,

10 Monomere oder Oligomere eines  $C_6$ - bis  $C_{20}$ - vorzugsweise  $C_6$ - bis  $C_{10}$ - aromatischen Diamins, wie m- oder p-Phenylendiamin, mit einer  $C_8$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_8$ - bis  $C_{12}$ - aromatischen Dicarbonsäure oder deren Derivate, beispielsweise Chloride, wie 2,6-Naphthalindicarbonsäure, vorzugsweise Isophthalsäure oder Terephthalsäure,

15 Monomere oder Oligomere eines  $C_6$ - bis  $C_{20}$ - vorzugsweise  $C_6$ - bis  $C_{10}$ - aromatischen Diamins, wie m- oder p-Phenylendiamin, mit einer  $C_9$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_9$ - bis  $C_{18}$ - arylaliphatischen Dicarbonsäure oder deren Derivate, beispielsweise Chloride, wie o-, m- oder p-Phenylendiessigsäure,

20 Monomere oder Oligomere eines  $C_7$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_8$ - bis  $C_{18}$ - arylaliphatischen Diamins, wie m- oder p-Xylylendiamin, mit einer  $C_2$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_2$ - bis  $C_{14}$ - aliphatischen Dicarbonsäure oder deren Mono- oder Dinitrile, wie Sebacinsäure, Dodecandisäure, Adipinsäure, Sebacinsäuredinitril, Decan-1,10-dinitril oder Adipodinitril,

25 Monomere oder Oligomere eines  $C_7$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_8$ - bis  $C_{18}$ - arylaliphatischen Diamins, wie m- oder p-Xylylendiamin, mit einer  $C_6$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_6$ - bis  $C_{10}$ - aromatischen Dicarbonsäure oder deren Derivate, beispielsweise Chloride, wie 2,6-Naphthalindicarbonsäure, vorzugsweise Isophthalsäure oder Terephthalsäure,

30 Monomere oder Oligomere eines  $C_7$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_8$ - bis  $C_{18}$ - arylaliphatischen Diamins, wie m- oder p-Xylylendiamin, mit einer  $C_9$ - bis  $C_{20}$ -, vorzugsweise  $C_9$ - bis  $C_{18}$ - arylaliphatischen Dicarbonsäure oder deren Derivate, beispielsweise Chloride, wie o-, m- oder p-Phenylendiessigsäure,

35

sowie Homopolymere, Copolymere, Mischungen und Pfropfungen solcher Ausgangsmomere oder Ausgangsoligomere in Betracht.

## 5

Als Oligomere können insbesondere die Dimeren, Trimeren, Tetrameren, Pentamere oder Hexameren der genannten Monomere oder von Gemischen solcher Monomere eingesetzt werden.

- 5 In einer bevorzugten Ausführungsform setzt man als Lactam Caprolactam, als Diamin Tetramethyldiamin, Hexamethyldiamin oder deren Gemische und als Dicarbonsäure Adipinsäure, Sebacinsäure, Dodecandisäure, Terephthalsäure, Isophthalsäure oder deren Gemische ein. Besonders bevorzugt ist als Lactam Caprolactam, als Diamin Hexamethyldiamin und als Dicarbonsäure Adipinsäure oder Terephthalsäure  
10 oder deren Gemische.

- 15 Besonders bevorzugt sind dabei solche Ausgangsmomere oder Ausgangsoligomere, die bei der Polymerisation zu den Polyamiden Nylon 6, Nylon 6,6, Nylon 4,6, Nylon 6,10, Nylon 6,12, Nylon 7, Nylon 11, Nylon 12 oder den Aramiden Poly-metaphenyleneisophthalamid oder Poly-paraphenylene-terephthalamid, insbesondere zu Nylon 6 oder Nylon 66, führen.

- 20 In einer bevorzugten Ausführungsform kann man bei der Herstellung der Polyamide einen oder mehrere Kettenregler einsetzen. Als Kettenregler kommen vorteilhaft Verbindungen in Betracht, die eine oder mehrere, wie zwei, drei oder vier, im Falle von Systemen in Form von Fasern bevorzugt zwei, bei der Polyamidbildung reaktive Amino-Gruppen oder eine oder mehrere, wie zwei, drei oder vier, im Falle von Systemen in Form von Fasern bevorzugt zwei, bei der Polyamidbildung reaktive Carboxyl-Gruppen aufweisen.

- 25 Im ersten Fall erhält man Polyamide, bei denen die zur Herstellung des Polyamids eingesetzten Monomere und Kettenregler eine höhere Zahl an zur Bildung der Polymerkette eingesetzten Amino-Gruppen oder deren Äquivalente als zur Bildung der Polymerkette eingesetzte Carbonsäure-Gruppen oder deren Äquivalente aufweisen.

- 30 Im zweiten Fall erhält man Polyamide, bei denen die zur Herstellung des Polyamids eingesetzten Monomere und Kettenregler eine höhere Zahl an zur Bildung der Polymerkette eingesetzten Carbonsäure-Gruppen oder deren Äquivalente als zur Bildung der Polymerkette eingesetzte Amino-Gruppen oder deren Äquivalente aufweisen.

- 35 Als Kettenregler können vorteilhaft Monocarbonsäuren, wie Alkancarbonsäuren, beispielsweise Essigsäure, Propionsäure, wie Benzol- oder Naphthalinmonocarbonsäure, beispielsweise Benzoesäure, Dicarbonsäuren, wie C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-Alkandicarbonsäure, beispielsweise Adipinsäure, Azelainsäure, Sebacinsäure, Dodecandisäure, C<sub>5</sub>-C<sub>8</sub>-  
40 Cycloalkandicarbonsäuren, beispielsweise Cyclohexan-1,4-dicarbonsäure, Benzol-

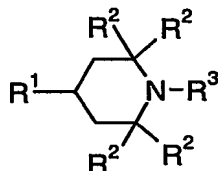


## 6

oder Naphthalindicarbonsäure, beispielsweise Terephthalsäure, Isophthalsäure, Naphthalin-2,6-dicarbonsäure, C<sub>2</sub>- bis C<sub>20</sub>-, vorzugsweise C<sub>2</sub>- bis C<sub>12</sub>-Alkylamine, wie Cyclohexylamin, C<sub>6</sub>- bis C<sub>20</sub>-, vorzugsweise C<sub>6</sub>- bis C<sub>10</sub>- aromatische Monoamine, wie Anilin, oder C<sub>7</sub>- bis C<sub>20</sub>-, vorzugsweise C<sub>8</sub>- bis C<sub>18</sub>- arylaliphatische Monoamine, wie Benzylamin, Diamine, wie C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-Alkandiamine, beispielsweise Hexamethyldiamin eingesetzt werden.

Die Kettenregler können unsubstituiert oder substituiert sein, beispielsweise durch aliphatische Gruppen, vorzugsweise C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylgruppen, wie Methyl, Ethyl, i-Propyl, n-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, s-Butyl, n-Pentyl, n-Hexyl, n-Heptyl, n-Octyl, 2-Ethyl-hexyl, OH, =O, C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkoxy, COOH, C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>-Carbalkoxy, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Acyloxy, oder C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkylamino, Sulfonsäure oder deren Salze, wie Alkali- oder Erdalkalisalze, Cyano, oder Halogene, wie Fluor, Chlor, Brom. Beispiele für substituierte Kettenregler sind Sulfoisophthalsäure, deren Alkali- oder Erdalkalisalze, wie Lithium-, Natrium oder Kalium-Salze, Sulfoisophthalsäureester, beispielsweise mit C<sub>1</sub>-C<sub>16</sub>-Alkanolen, oder Sulfoisophthalsäuremono- oder diamide, insbesondere mit zur Bildung von Polyamiden geeigneten, mindestens eine Aminogruppe tragenden Monomeren, wie Hexamethyldiamin oder 6-Aminocapronsäure.

Bevorzugt kommen als Kettenregler sterisch gehinderte Piperidin-Derivate der Formel



wobei

- R<sup>1</sup> für eine funktionelle Gruppe steht, die zur Amidbildung gegenüber der Polymerkette des Polyamids fähig ist, vorzugsweise eine Gruppe -(NH)R<sup>5</sup>, wobei R<sup>5</sup> für Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl steht, oder eine Carboxylgruppe oder ein Carboxylderivat oder eine Gruppe -(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>(NH)R<sup>5</sup>, wobei X für 1 bis 6 steht und R<sup>5</sup> für Wasserstoff oder C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl steht, oder eine Gruppe -(CH<sub>2</sub>)<sub>y</sub>COOH, wobei Y für 1 bis 6 steht, oder ein -(CH<sub>2</sub>)<sub>y</sub>COOH Säurederivat, wobei Y für 1 bis 6 steht, insbesondere für eine Gruppe -NH<sub>2</sub> steht,
- R<sup>2</sup> für eine Alkylgruppe steht, vorzugsweise eine C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-Alkylgruppe, wie Methyl, Ethyl, n-Propyl, i-Propyl, n-Butyl, i-Butyl, s-Butyl, insbesondere eine Methylgruppe,

$R^3$  für Wasserstoff,  $C_1$ - $C_4$ -Alkyl oder  $O-R^4$  steht, wobei  $R^4$  für Wasserstoff oder  $C_1$ - $C_7$ -Alkyl steht,  
insbesondere  $R^3$  für Wasserstoff steht,

5

in Betracht.

In solchen Verbindungen reagieren üblicherweise die tertiären, insbesondere sekundären Aminogruppen der Piperidin-Ringsysteme dabei wegen sterischer Hinderung nicht.

10

Besonders bevorzugt als sterisch gehindertem Piperidin-Derivat ist 4-Amino-2,2,6,6-Tetramethylpiperidin.

15

Vorteilhaft kann man einen Kettenregler in Mengen von mindestens 0,001 Mol-%, vorzugsweise mindestens 0,01 Mol-%, insbesondere mindestens 0,03 Mol-%, besonders bevorzugt mindestens 0,08 Mol-%, bezogen auf 1 Mol Säureamidgruppen des Polyamids, einsetzen.

20

Vorteilhaft kann man einen Kettenregler in Mengen von höchstens 2,0 Mol-%, vorzugsweise höchstens 1 Mol-%, insbesondere höchstens 0,6 Mol-%, besonders bevorzugt höchstens 0,5 Mol-%, bezogen auf 1 Mol Säureamidgruppen des Polyamids, einsetzen.

25

Erfindungsgemäß enthält die Hauptkette des Polyamids ein Amin, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, chemisch gebunden.

30

Im Sinne der vorliegenden Erfindung wird unter dem Begriff des genanntenamins ein solches Amin wie auch ein Gemisch solcher Amine verstanden.

35

2-Methyl-1,5-diaminopentan und Verfahren zur Herstellung dieser Verbindung sind bekannt. So kann 2-Methyl-1,5-diaminopentan beispielsweise durch Hydrierung von 2-Methyl-glutarodinitril erhalten werden, welches seinerseits bei der technischen Adipodinitrilsynthese durch doppelte Hydrocyanierung von Butadien als Nebenprodukt in erheblichen Mengen anfällt.

40

Erfindungsgemäß stellt R in dem Amin 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe dar. Vorteilhaft kommt als R eine funktionelle Gruppe ausgewählt aus der Gruppe beste-

## 8

hend aus Carbonsäure (COOH), Carbonsäureester, Carbonsäureamid und Nitril (CN), insbesondere Nitril, odere deren Gemische in Betracht.

5 Steht R für einen Carbonsäureester, wie einen Ester eines aromatischen, vorzugsweise aliphatischen Alkohols, insbesondere C<sub>1</sub>- bis C<sub>16</sub>-Alkohols, so kann in einer besonders bevorzugten Ausführungsform R für einen Carbonsäureester ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, i-Propyl-, n-Butyl-, s-Butyl-, i-Butyl- oder t-Butylester oder deren Gemische, insbesondere Methylester, stehen.

10 Steht R für Carbonsäureamid, so kann das Carbonsäureamid unsubstituiert sein, und somit R für die Gruppe CONH<sub>2</sub> stehen, oder substituiert sein durch einen oder zwei aromatische, vorzugsweise aliphatische Reste, insbesondere C<sub>1</sub>- bis C<sub>16</sub>-Reste, besonders bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, i-Propyl-, n-Butyl-, s-Butyl-, i-Butyl- oder t-Butyl oder deren Gemische, insbesondere Methyl, stehen, wie N-Methyl- oder N,N-Dimethyl-Amid.

15 Die Herstellung von Amin 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en mit der genannten Bedeutung von R ist an sich bekannt. So kann beispielsweise 1-Amino-2-cyano-cyclopent-1-en durch interne Cyclisierung aus Adipodinitril erhalten werden. Die anderen in Betracht  
20 kommenden Verbindungen können beispielsweise erhalten werden durch Umsetzung der Cyanogruppe in 1-Amino-2-cyano-cyclopent-1-en nach an sich bekannten Verfahren, wie teilweise oder vollständige Hydrolyse der Cyanogruppe.

Vorteilhaft kann der Gehalt an Amin, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber  
25 einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, mindestens 0,001 Mol-%, vorzugsweise mindestens 0,01 Mol-%, insbesondere mindestens 0,03 Mol-%, besonders bevorzugt mindestens 0,08 Mol-%, bezogen auf 1 Mol Säureamidgruppen des Polyamids, betragen.

30 Vorteilhaft kann der Gehalt an Amin, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, höchstens 2,0 Mol-%, vorzugsweise höchstens 1 Mol-%, insbesondere höchstens  
35 0,6 Mol-%, besonders bevorzugt höchstens 0,5 Mol-%, bezogen auf 1 Mol Säureamidgruppen des Polyamids, betragen.

Die erfindungsgemäßen Polyamide sind erhältlich, indem man die Umsetzung von zur Bildung eines Polyamids geeigneten Monomeren, Oligomeren oder deren Gemische  
40 zu einem Polyamid in Gegenwart einesamins, ausgewählt aus der Gruppe bestehend

aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, durchführt.

- 5 Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Polyamide können die für die Herstellung von Polyamiden aus den entsprechenden Monomeren üblichen Verfahrensbedingungen angewendet werden, wie sie beispielsweise in DE-A-14 95 198, DE-A-25 58 480, EP-A-129 196, DE-A-19 709 390, DE-A-35 34 817, WO 99/38908, WO 99/43734, WO 99/43732, WO 00/24808, WO 01/56984 oder in Polymerization Processes, Interscience, New York, 1977, S. 424-467, insbesondere S. 444-446, beschrieben sind.

15 In einer bevorzugten Ausgestaltung kann man die Polymerisation bzw. Polykondensation nach dem erfindungsgemäßen Verfahren in Gegenwart mindestens eines Pigments durchführen. Bevorzugte Pigmente sind Titandioxid, vorzugsweise in der Anatas- oder der Rutil-Kristallform, oder farbgebende Verbindungen anorganischer oder organischer Natur. Die Pigmente werden vorzugsweise in einer Menge von 0 bis 5 Gewichtsteile, insbesondere 0,02 bis 2 Gewichtsteile, jeweils bezogen auf 100 Gewichtsteile Polyamid, zugegeben. Die Pigmente können dem Reaktor mit den Ausgangsstoffen oder getrennt davon zugeführt werden.

20 Weiterhin kann zur Herstellung der Polyamide neben den beiden genannten, bevorzugten Verfahren die anionische Polymerisation herangezogen werden.

Bei der anionischen Polymerisation werden üblicherweise

- 25 a) ein Lactam oder eine Mischung von Lactamen,
- b) ein Lactamat oder eine Verbindung, die aus einem Lactam gemäß a) ein Lactamat freisetzt, oder Mischungen solcher Komponenten und
- 30 c) ein die Polymerisation regulierender Aktivator, miteinander umgesetzt unter Erhalt eines Polyamids.

35 Verfahren zur anionischen Polymerisation von Lactamen, die auch als alkalische Polymerisation von Lactamen bezeichnet wird, sowie geeignete Verbindungen a), b) und c) sind allgemein bekannt, beispielsweise aus US-A-3,206,418, US-A-3,207,713, US-A-3,494,999, US-A-3,793,255, US-A-4,233,433, US-A-4,393,193, US-A-4,503,014, US-A-5,747,634, WO-A-00/58387, WO-A-01/49906, International Polymer Processing 16(2) (2001) 172-182 oder Fourné, Synthetische Fasern, Carl Hanser Verlag, München/Wien, 1995, Seite 38-39.

40

Die erfindungsgemäßen Polyamide können vorteilhaft zur Herstellung von Fasern, Folien und Formkörper, die ein solches Polyamid enthalten, insbesondere aus einem solchen Polyamid bestehen, eingesetzt werden.

5

#### Beispiele

In den Beispielen wurde die Lösungsviskosität als relative Lösungsviskosität in 96%-Schwefelsäure gemessen gemäß DIN 51562-1 bis -4.

10

Hierbei wurde 1 g Polymer auf 100 ml Lösung eingewogen und die Durchlaufzeit in einem Ubbelohde-Viskosimeter gegen das reine Lösungsmittel gemessen.

#### Beispiel 1

15

In einem Druckkessel wurden 500 kg (4419 mol) Caprolactam, 50 kg vollentsalztes Wasser und 1046 g (9 mol) 2-Methyl-1,5-diaminopentan unter Stickstoffatmosphäre auf eine Innentemperatur von 270°C aufgeheizt, direkt im Anschluss innerhalb einer Stunde auf Normaldruck entspannt und 60 Minuten nachkondensiert und ausgefahren.

20

Das ausgefahrene Polyamid wurde extrahiert, getrocknet und in der festen Phase auf eine relative Lösungsviskosität von  $RV=2,70$  getempert.

#### Vergleichsbeispiel 1

25

Es wurde wie in Beispiel 1 verfahren mit der Ausnahme, daß 1046 g (9 mol) Hexamethyldiamin anstelle von 2-Methyl-1,5-diaminopentan zugegeben wurde. Die Lösungsviskosität nach Temperung betrug  $RV = 2,71$ .

#### Beispiel 2

30

Es wurde wie in Beispiel w verfahren mit der Ausnahme, dass 973 g (9 mol) 1-Amino-2-cyanocyclopent-1-en anstelle von 2-Methyl-1,5-diaminopentan zugegeben wurde. Die Lösungsviskosität nach Temperung betrug  $RV = 2,69$ .

35

#### Vergleichsbeispiel 2

Es wurde wie in Beispiel 1 verfahren mit der Ausnahme, daß 1081 g (9 mol) 6-Aminocapronsäure anstelle von 2-Methyl-1,5-diaminopentan zugegeben wurde. Die Lösungsviskosität nach Temperung betrug  $RV = 2,70$ .

40

## Beispiel 3

Die Polymere aus Beispiel 1 und 2 und aus den Vergleichsbeispielen 1 und 2 wurden auf einer „Inventa“ Pilot Spinnanlage im H4S-Verfahren bei 5500 m/min im Standard-Titer 44f12 dtex (rund) bei identischen Maschineneinstellungen versponnen. Das Streckverhältnis betrug 1 : 1,40. Anschließend wurden die derart hergestellten Textilgarne auf einer Rundstrickmaschine (FAK 3.5 von Lawson Hemphill) jeweils zu einem Strickschlauch mit gleichem Garngewicht verarbeitet. Die Strickschlauch-Probekörper von Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1 sowie von Beispiel 2 und Vergleichsbeispiel 2 wurden dann jeweils gemeinsam in einem einzigen Färbebad gefärbt. Die Färbung erfolgte mit einem handelsüblichen Metallkomplexfarbstoff (0,3 % Acidolschwarz MSRL, Flottenverhältnis 1:20, 1,0 % Uniperol AC, pH 7, Starttemperatur von 40°C, mit Heizrate 1,5°/min auf 98°C, 60 min bei 98°C, mit Warmwasser ausspülen, trocknen). Die relative Farbtiefe (Farbstärke) der beiden Strickstücke wurde anschließend mit Hilfe eines Spektralfotometers (Colorflash C22S, Fa. Optronic) gemäß Methode Kubelka-Munk, analog DIN 53234 "Bestimmung der relativen Farbstärke", ermittelt.

Tab. 1: Relative Farbstärke von Garnen [%] nach Konkurrenzfärbung

Beispiel 1	Vergleichsbeispiel 1	Beispiel 2	Vergleichsbeispiel 2
250	100	260	100

\* auf 100 % normiert

Aus Tabelle 1 geht hervor, dass Garne, welche aus Polyamiden aus Beispiel 1 bzw. 2 hergestellt wurden, bei der Konkurrenzfärbung mit Garnen der Polyamide aus den entsprechenden Vergleichsbeispielen 1 und 2, deutlich tiefer eingefärbt sind.

Um eine vorgegebene Farbtiefe von Garnen zu erreichen, benötigen demnach Garne aus Polyamiden gemäß Beispiel 1 bzw. 2 aufgrund ihrer höheren Anfärbegeschwindigkeit im Vergleich zu Garnen aus Polyamiden gemäß Stand der Technik kürzere Verweilzeiten in den entsprechenden Färbebädern. Somit lassen sich höheren Prozessgeschwindigkeiten bei der Anfärbung von Garnen aus Polyamiden gemäß Beispiel 1 bzw. 2 im Vergleich zu Garnen aus Polyamiden gemäß Stand der Technik realisieren. Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, ein Polyamid bereitzustellen, das eine gegenüber Polyamiden gemäß Stand der Technik erhöhte Anfärbegeschwindigkeit aufweist, sowie ein Verfahren zur Herstellung eines solchen Polyamids.

**Polyamide**

**- Zusammenfassung**

- 5 Polyamid, dessen Hauptkette ein Amin, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus 2-Methyl-1,5-Diaminopentan und 1-Amino-2-R-cyclopent-1-en, wobei R eine gegenüber einer Aminogruppe zur Ausbildung einer Amidgruppe fähige funktionelle Gruppe darstellt, chemisch gebunden enthält,
- 10 sowie Verfahren zur Herstellung eines solchen Polyamids und Fasern, Folien und Formkörper, enthaltend ein solches Polyamid.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.